



PATENT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Application No. : 10/657,710 Confirmation No. : 8741
Applicant : HEINZ-JOACHIM BELT, et al.
Filed : September 9, 2003
TC/A.U. : 1754
Examiner : To Be Assigned
Docket No. : 037110.52697US
Customer No. : 23911
Title : PURIFICATION OF SULFURYL FLUORIDE

CLAIM FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. §119

Mail Stop Missing Parts

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450


Sir:

The benefit of the filing date of prior foreign application No. 101 11 302.1, filed in Germany on March 9, 2001, is hereby requested and the right of priority under 35 U.S.C. §119 is hereby claimed.

In support of this claim, filed herewith is a certified copy of the original foreign application.

Respectfully submitted,

February 17, 2004



J. D. Evans
Registration No. 26,269

CROWELL & MORING, LLP
Intellectual Property Group
P.O. Box 14300
Washington, DC 20044-4300
Telephone No.: (202) 624-2500
Facsimile No.: (202) 628-8844
JDE/mys (#304412)

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 101 11 302.1
Anmeldetag: 09. März 2001
Anmelder/Inhaber: Solvay Fluor und Derivate GmbH,
Hannover/DE
Bezeichnung: Reinigung von Sulfurylfluorid
IPC: C 01 B 17/45

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 07. Februar 2002
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Agurks

Zusammenfassung

Sulfurylfluorid kann als Schädlingsbekämpfungsmittel verwendet werden. Es enthält oft Schwefeldioxid, Fluorwasserstoff und Chlorwasserstoff. Eine effektive Reinigung ist möglich, wenn das derart verunreinigte Sulfurylfluorid über ein Alkalifluorid geleitet wird. Die Reinigung kann während der Herstellung, während der Aufbewahrung, aber auch vor oder während der Anwendung, beispielsweise als Schädlingsbekämpfungsmittel, durchgeführt werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Erzeugung von gereinigtem Sulfurylfluorid aus verunreinigtem Sulfurylfluorid, das Fluorwasserstoff und/oder Chlorwasserstoff und/oder Schwefeldioxid sowie gegebenenfalls weitere Verunreinigungen wie Dichlorethan enthält, durch Kontaktieren des verunreinigten Sulfurylfluorids mit Alkalimetallfluorid.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Sulfurylfluorid reinigt, welches Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff und Schwefeldioxid enthält.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das Kontaktieren mit Alkalifluorid bei einer Temperatur im Bereich von -20°C bis 150°C durchführt.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das Verfahren unmittelbar nach der Herstellung des Sulfurylfluorids und/oder unmittelbar vor oder während der Anwendung durchführt.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das mit Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff bzw. Schwefeldioxid beladene Alkalifluorid regeneriert.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Kaliumfluorid als Alkalimetallfluorid einsetzt.

7. Sorbens-Kit, umfassend Alkalimetallfluorid und mindestens ein weiteres festes Sorptionsmittel.

8. Sorbens-Kit, umfassend Alkalimetallfluorid und Aktivkohle, Kieselgel und/oder Zeolith.

Solvay Fluor und Derivate GmbH
30173 Hannover

Reinigung von Sulfurylfluorid

Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Erzeugung von gereinigtem Sulfurylfluorid.

Sulfurylfluorid kann als Schädlingsbekämpfungsmittel eingesetzt werden. Herstellungsbedingt können im Rohprodukt noch Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff bzw. Schwefeldioxid und gegebenenfalls auch organische Verunreinigungen wie Dichlorethan enthalten sein. Die Reinigung von Sulfurylfluorid ist mittels Wasserwäsche zwar möglich; dabei wird das Gas angefeuchtet, und es kann zur Hydrolyse mit Fluorwasserstoffbildung kommen.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren anzugeben, mit welchem Sulfurylfluorid effektiv gereinigt werden kann. Diese Aufgabe wird durch das in den Ansprüchen angegebene Verfahren gelöst.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Erzeugung von gereinigtem Sulfurylfluorid aus verunreinigtem Sulfurylfluorid, welches Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff und/oder Schwefeldioxid sowie gegebenenfalls organische Verunreinigungen enthält, sieht vor, daß man das verunreinigte Sulfurylfluorid mit Alkalimetallfluorid kontaktiert. Bevorzugtes Alkalimetallfluorid ist Kaliumfluorid. Es liegt in fester Phase vor.

Das Kontaktieren des zu reinigenden Rohproduktes mit dem Alkalifluorid wird vorzugsweise im Temperaturbereich von $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, vorzugsweise $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ durchgeführt.

Es ist möglich, das verunreinigte Sulfurylfluorid unmittelbar nach seiner Herstellung durch Kontaktieren mit Alkalimetallfluorid zu reinigen. Möglich ist auch, es unmittelbar vor seiner Anwendung oder auch während der Anwendung zu reinigen. Beispielsweise kann man Sulfurylfluorid vor der Verwendung als Schädlingsbekämpfungsmittel über Alkalimetallfluorid leiten, um Verunreinigungen zu entfernen. Alternativ oder zusätzlich kann man während seiner Anwendung als Begasungsmittel einen Teil der Begasungsatmosphäre im Kreislauf führen und dabei jeweils einen Kontakt mit Alkalimetallfluorid vorsehen.

Es ist auch möglich, das Sulfurylfluorid über Alkalimetallfluorid aufzubewahren. Natürlich kann man das Verfahren auch mehrfach durchführen, z. B. unmittelbar nach der Herstellung und unmittelbar vor der Anwendung oder während der Anwendung.

Das Alkalimetallfluorid kann auch mit anderen Adsorptionsmitteln kombiniert eingesetzt werden. Beispielsweise kann man es zusammen mit Aktivkohle oder mit Trockenmitteln einsetzen.

Das beladene Alkalimetallfluorid kann beispielsweise thermisch regeneriert werden.

Vorteil des Verfahrens ist, daß das gereinigte Sulfurylfluorid nicht mit Wasser beladen wird. Wasser ist unerwünscht, weil es zur langsamen Hydrolyse des Sulfurylfluorids, führt. Bei der Anwendung als Schädlingsbekämpfungsmittel ist eine erhöhte Luftfeuchtigkeit unerwünscht, beispielsweise werden Gegenstände oder auch die Wände der Räume selbst (besonders in Kalksteingebäuden) durch das Hydrolyseprodukt Fluorwasserstoff angegriffen. Das erfindungsgemäß gereinigte Sulfurylfluorid weist einen niedrigen Feuchtigkeitsgehalt auf. Ein weiterer Vorteil ist die Regenerierbarkeit des Alkalimetallfluorids. Auch die etwaig mit eingesetzte Aktivkohle

oder andere Sorptionsmittel wie Kieselgelerperlen (z. B. zur Abtrennung von Wasser) können thermisch regeneriert werden.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Sorbens-Kit, welches Alkalimetallfluorid, vorzugsweise Kaliumfluorid, und mindestens ein weiteres festes Sorptionsmittel enthält oder daraus besteht. Als Sorptionsmittel kommen solche in Betracht, welche Wasser, Halogene oder organische Verbindungen zu adsorbieren vermögen. Bevorzugt ist neben Alkalimetallfluorid, Aktivkohle, Kieselgel und/oder Zeolith enthalten. Mit einem solchen Sorbens-Kit kann nicht nur Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff und Schwefeldioxid, sondern auch etwaig enthaltenes Wasser oder organische Bestandteile wie z. B. Dichlorethan abgetrennt werden. Dies ist nicht nur von Vorteil bei der Reinigung des soeben hergestellten Rohproduktes, sondern auch und besonders während der Anwendung. Bei der Anwendung als Schädlingsbekämpfungsmittel beispielsweise können auf diese Weise Hydrolyseprodukte des Sulfurylfluorids und auch Wasser entfernt werden.

Im Sorbens-Kit kann das Alkalimetallfluorid und das weitere feste Sorptionsmittel vermischt oder separat voneinander vorliegen, als Schüttung eines Pulvers, eines Granulats, von Pellets, als Extrudat oder in anderer Form.

Das folgende Beispiel soll die Erfindung weiter erläutern, ohne sie in ihrem Umfang einzuschränken.

Beispiel:

Reinigung von Sulfurylfluorid mittels Kaliumfluorid/Aktivkohle

Eingesetzt wurde ein Absorbergefäß mit 2 l Rauminhalt. Es wurde mit einer unteren Schicht Aktivkohle, mit einer darüber angeordneten Kaliumfluoridschicht und einer abschließenden Aktivkohleschicht befüllt. Als Testgas wurden 3 kg Sulfuryl-

fluorid eingesetzt, die mit etwa 107 ppm (v/v) Chlorwasserstoff, 119 ppm (v/v) Fluorwasserstoff und 430 ppm (v/v) Schwefeldioxid angereichert waren. Nach dem Durchleiten lagen die Verunreinigungen unterhalb der Nachweisgrenze.

Regenerierung des Sorbens-Kits aus Aktivkohle und Kaliumfluorid:

Das Absorbergefäß wurde auf eine Temperatur von oberhalb 200 °C erhitzt, dabei wurde ein Stickstoffstrom durch die Schüttung durchgeleitet. Das das Absorbergefäß verlassende Gas wurde durch einen Wasserwäscher durchgeleitet. Nach dem Regenerieren konnte das Absorbergefäß erneut zur Reinigung von Sulfurylfluorid eingesetzt werden.